

PRODUCTION OF GALLIUM OXIDE POWDER**Publication number:** JP10338522 (A)**Publication date:** 1998-12-22**Inventor(s):** MITO KENTARO; FUJII HIROSHI; YAMADA TAKASHI; TANAKA JUNICHIRO**Applicant(s):** MITSUI MINING & SMELTING CO**Classification:**

- International: C01G15/00; C01G15/00; (IPC1-7): C01G15/00

- European:

Application number: JP19970160658 19970604**Priority number(s):** JP19970160658 19970604**Abstract of JP 10338522 (A)**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain gallium oxide powder almost free from impurities such as chlorine by neutralizing an aq. gallium chloride soln. prepd. by blowing gaseous chlorine into a warm water bath contg. molten metal gallium, dehydrating and drying the resultant gallium hydroxide and carrying out roasting and crushing. **SOLUTION:** Gaseous chlorine is blown into molten metal gallium obtd. by putting metal gallium in warm water at ≥ 30 deg.C, preferably ≥ 50 deg.C and perfectly melting it. The concn. of gallium in the resultant an aq. gallium chloride soln. is regulated to about 200 g/l, preferably about 100 g/l and the soln. is neutralized by adding an alkali compd. to prepare a gallium hydroxide slurry.; This slurry is dehydrated and washed to remove impurities and the resultant gallium hydroxide is oxidized under heating at ≥ 300 deg.C, preferably ≥ 500 deg.C to obtain gallium oxide. This gallium oxide is crushed with a crusher such as an atomizer.

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-338522

(43) 公開日 平成10年(1998)12月22日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 1 G 15/00

C 0 1 G 15/00

D

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平9-160658

(22) 出願日 平成9年(1997)6月4日

(71) 出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号

(72) 発明者 三戸 兼太郎

広島県竹原市忠海町4040

(72) 発明者 藤井 博

広島県竹原市竹原町652-15

(72) 発明者 山田 隆司

群馬県館林市尾曳町7-36 尾曳グランド

ハイツ606号

(72) 発明者 田中 順一郎

広島県竹原市竹原町652-15

(54) 【発明の名称】 酸化ガリウム粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 導電性透明酸化膜等に好適に用いられる、塩素等の不純物の少ない酸化ガリウム粉末の製造方法を提供する。

【解決手段】 熔融ガリウムメタルを入れた温水浴中に塩素ガスを吹き込み、塩化ガリウム水溶液とし、これを中和して得られる水酸化ガリウムを脱水・乾燥し、続いてばい焼、解砕する酸化ガリウム粉末の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 溶融ガリウムメタルを入れた温水浴中に塩素ガスを吹き込み、塩化ガリウム水溶液とし、これを中和して得られる水酸化ガリウムを脱水・乾燥し、続いてばい焼、解砕することを特徴とする酸化ガリウム粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】本発明は、蛍光体、単結晶、半導体、導電性透明酸化膜等の電子材料に用いられる、酸化ガリウム粉末の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来技術】蛍光体、単結晶、半導体、導電性透明酸化膜等の電子材料に用いられる、酸化ガリウム粉末は、その用途上、不純物量の少ないものが望まれている。不純物量が多い場合は蛍光体、単結晶、半導体、導電性透明酸化膜等の所望特性が低下するという問題がある。従来、酸化ガリウムの製造方法としては、特開昭58-120522号に記載されているように、ガリウムを含む酸化物を出発原料として、これを塩酸、硝酸などの溶液に溶解し、これを精製して、酸化ガリウムを製造する方法が知られている。しかし、この方法では酸化ガリウム中に塩酸などが不純物として残留し、この酸化ガリウムを用いて導電性透明酸化膜とすると、電気導電性や透明性が低下するなどの悪影響を与える。一方、ガリウムメタル等の金属を出発原料として、これを溶解する場合には、塩酸、硫酸、硝酸もしくは王水等の強酸浴中で反応させる。その場合、理論的には化学当量分の酸を添加すれば金属は完全に溶解するはずである。ところが、実際には当量以上の酸を添加しなければ完全に溶解しない。その場合、金属が溶解した時点で、未反応の酸が不純物として酸性浴中に残留することになり、後の工程で取り除くことが困難である。従って、この方法でも酸化ガリウム中に塩酸などが不純物として残留し、この酸化ガリウムを用いて導電性透明酸化膜とすると、電気導電性や透明性が低下するなどの悪影響を与える。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、蛍光体、単結晶、半導体、導電性透明酸化膜等の電子材料に用いられる、塩素等の不純物の少ない酸化ガリウム粉末を製造する方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、溶融ガリウムメタルを入れた温水浴中に塩素ガスを吹き込み、塩化ガリウム水溶液とし、これを中和して得られる水酸化ガリウムを脱水・乾燥し、続いてばい焼、解砕することを特徴とする酸化ガリウム粉末の製造方法である。本発明により、酸化ガリウム中に含有する塩素の品位が10～200ppmと低い酸化ガリウムを製造することができる。

【0005】本発明に関する酸化ガリウム粉末の製造方法は以下の各工程からなる。

1. 溶解工程

ガリウムメタルを温水浴中にて、塩素ガスを吹き込んで溶解し、塩化ガリウム水溶液とする。温水は30℃以上に保つ必要があり、好ましくは、50℃以上がよい。50℃以下では、温水中の塩化ガリウムの溶解度が低下し、30℃以下ではその傾向が著しくなるとともに、ガリウムメタルの融点となり、全くガリウムメタルの溶解反応が進行しなくなる。温水中で溶解しているガリウムメタルに、一定流量で塩素ガスを吹き込むと、ガリウムメタルは溶解して塩化ガリウムの水溶液を得ることができる。塩素ガスはガラス管、合成樹脂管などを用いて温水中のガリウムメタルに吹き付ける。この際、ガリウムメタルと塩素ガスが直接接触している状態を維持する必要がある。直接接触していないと、ガリウムメタルの溶解反応率が低下し、当量以上の塩素ガスを消費することになり、好ましくない。また、塩素ガスの流量は、溶解しているガリウムメタルの表面で発泡の見られる最低の流量でよい。それ以上のガスを流しても、反応に寄与せず、大気中にただ放出するだけである。

【0006】2. 中和工程

上記で得られた塩化ガリウム水溶液のガリウム濃度は200g/l前後に調整する。これに、アルカリ化合物を加えて中和し、水酸化ガリウムのスラリーを得る。なお、塩化ガリウム水溶液のガリウム濃度は、好ましくは、100g/l前後である。100g/l以上になると、水酸化ガリウムの微細な沈殿物が形成され、200g/l以上になると、中和反応で生成する水酸化ガリウムのスラリーの粘度が極端に上昇して、沈殿物は懸濁し静置しても白濁したままであり、沈降分離できなくなるとともに、濾過性も非常に悪くなる。

3. 洗浄工程

上記工程で得られた水酸化ガリウムの沈殿物を含有する水溶液の上澄液を抜いて、残液に水等の溶媒を加えて、攪拌洗浄し、静置後上澄液を除去する。この操作を複数回実施して、不純物を除去する。

【0007】4. 脱水工程

上記の不純物を除去した残液を、濾過機等で脱水分離し、水酸化ガリウムの沈殿物に含まれる液分を分離・除去する。この際、温水をかけながら固液分離すると、脱水と同時に不純物の除去ができる。

5. 乾燥工程

水酸化ガリウムの沈殿物を乾燥し、含まれる液分を完全に除去する。

6. 加熱・酸化工程

水酸化ガリウムを500℃以上で加熱・酸化して、酸化ガリウムとする。酸化温度は高い程、短時間で酸化物に変換するが、300℃以上で加熱・酸化してもよい。ただし、300℃以下では酸化物に変換せず、300℃以

下では酸化物に変換する時間が長くなる。

7. 解砕工程

アトマイザー粉砕機等の粉砕機で酸化ガリウムを解砕して、製品の酸化ガリウム粉末を得る。

【0008】

【実施例】以下、実施例及び比較例に基づいて本発明を具体的に説明する。

実施例1

ガリウムメタルとして、ガリウム品位が99.99%以上、不純物元素が100ppm以下のものを用いた。10kgのガリウムメタルを70℃の温水中に投入し、完全に溶解した状態になってから、ガラス管を溶解したガリウムメタルに完全に差し込んで、塩素ガスを徐々に吹き込んだ。塩素ガスの流量はおよそ5l/分とした。なお、温水は一部ポンプで循環させた。この状態で6時間反応させ、80g/lの塩化ガリウム水溶液を100l生成させた。この塩化ガリウム水溶液を70℃に保持しながら、28%アンモニア水を定量ポンプで添加して、水酸化ガリウムの沈殿物を生成させた。アンモニア水の添加はpH7.3の反応終点までとした。生成した水酸化ガリウムを沈降させて、温水を張り、攪拌して洗浄した。沈殿物が沈降のち、上澄液を排出した。同じ操作を2度繰り返した。洗浄した水酸化ガリウムを濾過後、大気中で150℃で20時間乾燥した。その後、水酸化ガリウムを900℃で3時間加熱・酸化して、酸化ガリウムとした。これを冷却後、アトマイザー粉砕機により解

砕した。得られた酸化ガリウム中の塩素を分析したところ、80ppmであった。

【0009】比較例1

ガリウムメタルとして、ガリウム品位が99.99%以上、不純物元素が100ppm以下のものを用いた。10kgのガリウムメタルを70℃の温水中に投入し、完全に溶解した状態になってから、濃塩酸を定量ポンプで少量ずつ添加した。80g/lの塩化ガリウム水溶液を100l生成させたところで、濃塩酸の添加を終了した。この塩化ガリウム水溶液を70℃に保持しながら、28%アンモニア水を定量ポンプで添加して、水酸化ガリウムの沈殿物を生成させた。アンモニア水の添加はpH7.3の反応終点までとした。生成した水酸化ガリウムを沈降させて、温水を張り、攪拌して洗浄した。沈殿物が沈降後、上澄液を排出した。同じ操作を2度繰り返した。洗浄した水酸化ガリウムは濾過後、大気中で150℃で20時間乾燥した。その後、水酸化ガリウムを900℃で3時間加熱・酸化して、酸化ガリウムとした。これを冷却後、アトマイザー粉砕機により解砕した。得られた酸化ガリウム中の塩素を分析したところ、500ppmであった。

【0010】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の方法により、蛍光体、単結晶、半導体、導電性透明酸化膜等の電子材料に用いられる、塩素等の不純物の少ない酸化ガリウム粉末を得ることができる。